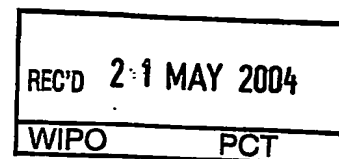


27. 4. 2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年   4 月 3 0 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 1 2 5 5 0 8  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 1 2 5 5 0 8 ]

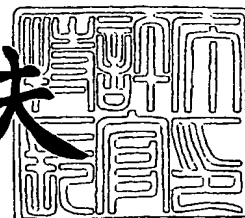
出   願   人            昭 和 電 工 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年   4 月 1 3 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号   出証特 2 0 0 4 - 3 0 3 0 6 4 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 P03264-010

【提出日】 平成15年 4月30日

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区扇町 5 - 1 昭和電工株式会社  
ガス・化成品事業部 生産・技術統括部内

【氏名】 田 口 裕 康

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区扇町 5 - 1 昭和電工株式会社  
ガス・化成品事業部 生産・技術統括部内

【氏名】 小 菅 靖 浩

【特許出願人】

【識別番号】 000002004

【氏名又は名称】 昭和電工株式会社

【代理人】

【識別番号】 100081994

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴 木 俊一郎

【選任した代理人】

【識別番号】 100103218

【弁理士】

【氏名又は名称】 牧 村 浩 次

【選任した代理人】

【識別番号】 100107043

【弁理士】

【氏名又は名称】 高 畑 ちより

【選任した代理人】

【識別番号】 100110917

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴 木 亨

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014535

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9815946

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高純度アンモニアガスの供給機器および供給方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 高純度アンモニアガス供給機器において、該供給機器のシール部および／または接ガス部がハロゲンを有さない樹脂によって構成されていることを特徴とする高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 2】 高純度アンモニアガス供給機器において、該供給機器のシール部が、シール部本体と、該シール部本体に当接してシール性を供与する当接部材とから構成され、

前記シール部本体がハロゲンを有さない樹脂から構成されるとともに、

前記当接部材の少なくとも前記シール部本体との当接部が、ステンレス鋼、高耐食性ニッケル基合金、または、アルミナ、窒化アルミニウム、炭化珪素などのセラミックスによって構成されていることを特徴とする高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 3】 上記ハロゲンを有さない樹脂が、ポリオレフィン樹脂、ポリアミド樹脂、フェノール樹脂、キシレン樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂からなる群より選ばれることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 4】 上記高純度アンモニアガス供給機器が、シリンダーバルブであることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 5】 上記高純度アンモニアガス供給機器が、圧力調整器であることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 6】 上記高純度アンモニアガス供給機器が、流量調整装置であることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 7】 上記高純度アンモニアガス供給機器が、ラインフィルターで

あることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 8】 上記高純度アンモニアガス供給機器が、ラインバルブであることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【請求項 9】 請求項 4～8 のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器を用いて、高純度アンモニアガスを供給するガス流路を構成することにより、そのガス純度を劣化させることなく、高純度アンモニアガスを供給することを特徴とする高純度アンモニアガス供給方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、高純度アンモニアガスの供給機器および供給方法に関する。より詳しくは、半導体製造プロセスにおいて用いられる高純度アンモニアガスを半導体素子製造装置に供給する際に、保全性および安全性に優れる高純度アンモニアガス供給機器を用いてガス流路を構成することにより、高純度アンモニアガスの純度を劣化させることなく保つとともに、製造される半導体デバイスへの汚染を大きく低減させることができる、高純度アンモニアガスの供給機器および供給方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体製造に用いられるガスには、一般に腐食性の強い  $\text{HBr}$ 、 $\text{HCl}$  などのハロゲン系ガス、分解性の高い  $\text{SiH}_4$  などの特殊ガス、成膜構成元素を含む  $\text{NH}_3$  などの高純度原料ガスがある。このようなガスの供給系において機器類から発生する不純物または腐食によるパーティクルが発生すると、半導体製造プロセス系内または製品である半導体デバイスを汚染するため、品質や歩留りの低下の原因となる。また、分解性の高いガスの場合には、ガスを分解させずにユースポイントまで供給しなければならず、さらに、これらのガスの多くは人体に危険であるために、破損や腐食による漏洩によってガスが外部に漏れることがあっては

ならない。

#### 【0003】

そのため、半導体製造に用いられる各種の腐食性の強いガス、または、分解性の高い特殊ガスを供給するためのシリンダーバルブ、圧力調節器、圧力計、マスフローメーターなどの流量計、ラインバルブ、配管等の機器を構成する材料として、一般的にはステンレス鋼 304 または 316 L (VOD 材)、さらに高耐食性を発揮するステンレス材として低マンガン材または極低マンガン材 (VIM-VAM 材)、ハステロイ材などの Ni 基合金、Co 基合金等が使用されている。また、ガス供給機器のシール部分には樹脂、特にその化学的安定性の高さからフッ素樹脂が用いられている。

#### 【0004】

フッ素樹脂は、化学的に極めて安定であるため半導体プロセスにおいても広く活用されており、具体的には、ポリフッ化ビニル (PVF)、ポリフッ化ビニリデン (PVDF)、ポリクロロトリフルオロエチレン (PCTFE)、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE)、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体 (FEP)、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体 (PFA) などが挙げられ、多くの機器に採用されている。

#### 【0005】

現在、半導体デバイスの製造においては、さらなる高集積化が加速度的に進んでいる。しかしながら、半導体の製造工程に用いられているこれらのガス供給機器は、僅か一年も経たずに腐食によるパーティクルが発生し、ガス供給路系内に腐食生成物や反応生成物が形成されることにより、半導体デバイスが汚染されるという問題を有している。また、ガス供給機器のシール特性の劣化によるガス漏れが生じることにより、製造工程の中断など安全面や経済面における問題も有している。

#### 【0006】

一方、成膜構成元素を含む原料ガスである高純度アンモニアガスは、腐食性ガスに比べ、腐食性が弱く、ガスによる腐食問題の発生はないとされている。

現在の高純度アンモニアの供給機器を構成する金属材料としては、ステンレス鋼、例えば SUS 316 L などが用いられている。また、樹脂材料としては、一般にフッ素樹脂、具体的には、ポリクロロトリフルオロエチレン (PCTFE)、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) が用いられており、例えば、特許文献 1 (特開平 6-24737 号公報) には、アンモニアガスを精製するためのフィルターにフッ素樹脂を用いる発明が開示されている。

#### 【0007】

しかしながら、高純度アンモニアガスを供給するガス流路を構成する機器については、閉状態においてガス流路の下流にアンモニアガスが流通してしまう「出流れ現象」もしくは「内部リーク」といわれる現象が発生し、特に圧力調整器に関しては、シール特性の劣化から僅か 3 ヶ月から 6 ヶ月程度の寿命しかないことが指摘されており、より安定で長期にわたって高純度アンモニアガスの供給を可能とすることが強く望まれている。

#### 【0008】

##### 【特許文献 1】

特開平 6-24737 号公報

#### 【0009】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、腐食によるパーティクルが発生せず、ガス供給路系内に腐食生成物や反応生成物を形成しないシリンダーバルブ、圧力調整器、圧力計、マスフローメーター、ラインバルブ、フィルターなどのガス供給機器を、ガスシリンダーから半導体製造装置までのガス流路に適宜採用することによって、高純度アンモニアガスの純度を劣化させることなく、より安全で効率の良い安定的な供給を可能とし、より高性能な半導体デバイスの製造を可能とする高純度アンモニアガス供給方法を提供することにある。

#### 【0010】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、高純度アンモニアガスを供給するための課題を解決すべく鋭意研究した結果、高純度アンモニアガスがフッ素樹脂と接触をした場合、脱ハロゲ

ン化反応が起こることを見出した。この脱ハロゲン化反応によって樹脂系外に出たハロゲンが、機器を構成する金属材料を腐食・損傷させるため、高純度アンモニアガスの供給に用いられるシリンダーバルブ、圧力調整器、マスフロー、フィルター、ラインバルブが、通常数ヶ月で、いわゆる「出流れ現象」を引き起こし、機器の交換に至っていたことが明らかとなった。また、脱ハロゲン化現象によって生じた腐食生成物が、発生した機器ではなく、ガス流路の下流にある機器の内部やデバイス製造装置内から検出されたことから、当該機器の使用により当初の供給純度を提供できず、製造プロセス末端でのデバイスへの汚染を引き起こすというメカニズムも明らかにした。

#### 【0011】

本願発明は以下の（１）～（９）に関する。

（１）高純度アンモニアガス供給機器において、該供給機器のシール部および／または接ガス部がハロゲンを有さない樹脂によって構成されていることを特徴とする高純度アンモニアガス供給機器。

（２）高純度アンモニアガス供給機器において、該供給機器のシール部が、シール部本体と、該シール部本体に当接してシール性を供与する当接部材とから構成され、

前記シール部本体がハロゲンを有さない樹脂から構成されるとともに、

前記当接部材の少なくとも前記シール部本体との当接部が、ステンレス鋼、高耐食性ニッケル基合金、または、アルミナ、窒化アルミニウム、炭化珪素などのセラミックスによって構成されていることを特徴とする高純度アンモニアガス供給機器。

#### 【0012】

（３）上記ハロゲンを有さない樹脂が、ポリオレフィン樹脂、ポリアミド樹脂、フェノール樹脂、キシレン樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂からなる群より選ばれることを特徴とする上記（１）または（２）に記載の高純度アンモニアガス供給機器。

#### 【0013】



(4) 上記高純度アンモニアガス供給機器が、シリンダーバルブであることを特徴とする上記(1)～(3)のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

(5) 上記高純度アンモニアガス供給機器が、圧力調整器であることを特徴とする上記(1)～(3)のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【0014】

(6) 上記高純度アンモニアガス供給機器が、流量調整装置であることを特徴とする上記(1)～(3)のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

(7) 上記高純度アンモニアガス供給機器が、ラインフィルターであることを特徴とする上記(1)～(3)のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

【0015】

(8) 上記高純度アンモニアガス供給機器が、ラインバルブであることを特徴とする上記(1)～(3)のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器。

(9) 上記(4)～(8)のいずれかに記載の高純度アンモニアガス供給機器を用いて、高純度アンモニアガスを供給するガス流路を構成することにより、そのガス純度を劣化させることなく、高純度アンモニアガスを供給することを特徴とする高純度アンモニアガス供給方法。

【0016】

したがって、アンモニアガスに対する十分な耐久性能を有し、かつ、アンモニアガスによる脱ハロゲン化現象を引き起こさないようにするために、本発明に係る高純度アンモニアガス供給機器は、該供給機器のシール部および／または接ガス部が、ハロゲンを有さない樹脂によって構成されていることを特徴とする。

また、アンモニア成分による腐食以外にも、供給ガス中の極僅かな不純物および大気開放によって内部に混入する不純物に対する耐食性を必要とすること、また、樹脂のもつ浸透性や吸水性などの性質により腐食が引き起こされることを考慮し、本発明に係る高純度アンモニアガス供給機器は、該供給機器のシール部が、シール部本体と、該シール部本体に当接してシール性を供与する当接部材とから構成され、前記シール部本体がハロゲンを有さない樹脂から構成されるととも

に、前記当接部材の少なくとも前記シール部本体との当接部が、ステンレス鋼、高耐食性ニッケル基合金、または、アルミナ、窒化アルミニウム、炭化珪素などのセラミックスによって構成されていることを特徴とする。

#### 【0017】

当接部材のシール部本体との当接部が、上記のようなアンモニアガスなどに対して十分な耐食性を有する金属材料で構成されることにより、パーティクル、腐食生成物および反応生成物などの発生を防止することができる。

本発明における上記ハロゲンを有さない樹脂は、ポリオレフィン樹脂、ポリアミド樹脂、フェノール樹脂、キシレン樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂からなる群より選ばれることが好ましい。上記のような樹脂を用いることにより、アンモニアガスによる脱ハロゲン化現象を防止し、シール部の長寿命化を達成することができる。

#### 【0018】

本発明に係る高純度ガス供給機器が、上記のような構成を有することにより、高純度アンモニアガスによる脱ハロゲン化現象および出流れ現象もしくは内部リークなどを防止できるとともに、ガス供給機器の寿命が延長され、より安定で長期にわたって高純度アンモニアガスを供給することが可能となる。

本発明における高純度アンモニアガス供給機器としては、例えば、シリンダーバルブ、圧力調整器、流量調整装置、ラインフィルター、ラインバルブなどが挙げられる。

#### 【0019】

本発明に係る高純度アンモニアガス供給方法は、上記のような高純度アンモニアガス供給機器を用いて、高純度アンモニアガスを供給するガス流路を構成することにより、そのガス純度を劣化させることなく、半導体デバイス製造装置に高純度アンモニアガスを安定的に供給できることを特徴とする。

本発明に係る高純度アンモニアガスの供給機器および供給方法は、高純度アンモニアガスを原料とする半導体素子製造装置、高純度アンモニアガスを排出する際に用いられる機器などにも適用することができる。

## 【0020】

## 【実施例】

以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれら実施例により何ら限定されるものではない。

## 【0021】

## 【実施例 1～4】

高純度アンモニアガスに対するガス供給機器のシール部の腐食性、圧力調整器における出流れ現象などを試験するための試験装置を図 1 に示した。図 1 に示すように、ガスポンベ 1 と圧力調整器 2 を配管にてつなぎ込み、圧力調整器 2 の前後に圧力計 3 および 4 を配置し、圧力調整器 2 の動作不良をこの二つの圧力計の指示値に現れる変化で確認できる構造とした。使用したガスは除害ガス処理装置 6 で回収し処理した。本実施例で用いた圧力調整器 2 については、その内部構造の簡易図を図 2 に示した。

## 【0022】

図 2 に示されているシール部本体である樹脂シート 8 を構成する樹脂シール材、および、この樹脂シート 8 に当接し、ガスの流路を遮断する当接部材である調整弁体 11 を構成する金属シール材を表 1 に示した。なお、圧力調整器 2 を構成するその他の金属部位については、ステンレス 316L を使用した。

樹脂シート 8 を構成する樹脂として、実施例 1 ではフェノール樹脂を用い、実施例 2 および 3 ではポリフェニレンサルファイド樹脂 (PPS) を用い、実施例 4 ではポリエーテルエーテルケトン樹脂 (PEEK) を各々用いた。調整弁体 11 を構成する金属材料として、実施例 1、3 および 4 ではステンレス材 (SUS 316L) を用い、実施例 2 ではハステロイ C-22 を用いた。

## 【0023】

純度 6N の高純度アンモニアガス (昭和電工 (株) 製) を 20Kg 充填したガスポンベを装置に装着し、装置そのものを 25℃ の雰囲気内に設置した。その後、1.0L/分の流量で 5 時間/日の流通を 100 日間継続した。

## 【0024】

## 【比較例 1 および 2】

実施例と同様に図 1 に示すように、ガスボンベ 1 と圧力調整器 2 を配管にてつなぎ込み、圧力指示値に現れる変化によってシール部材の状況を判断確認できる構造として試験を行った。使用したガスは除害ガス処理装置 6 で回収し処理した。

### 【0025】

圧力調整器 2 におけるシール部本体である樹脂シート 8 を構成する樹脂シール材として、ポリクロロトリフルオロエチレン (PCTFE) 樹脂を用い、この樹脂シート 8 に当接し、ガスの流路を遮断する当接部材である調整弁体 11 を構成する金属シール材として、比較例 1 ではステンレス 316L を用い、比較例 2 ではハステロイ C-22 を用いた。なお、圧力調整器 2 を構成するその他の金属部位については、ステンレス 316L を使用した。

### 【0026】

実施例と同様に、純度 6N の高純度アンモニアガスを 20Kg 充填したガスボンベを装置に装着し、装置そのものを 25℃ の雰囲気内に設置した。その後、1.0L/分の流量で 5 時間/日の流通を 100 日間継続した。

### 【0027】

【表 1】

表 1

	樹脂シート 8	調整弁体 11
実施例 1	フェノール樹脂	SUS316L
実施例 2	ポリフェニレンサルファイド樹脂 PPS	ハステロイ C-22
実施例 3	ポリフェニレンサルファイド樹脂 PPS	SUS316L
実施例 4	ポリエーテルエーテルケトン樹脂 PEEK	SUS316L
比較例 1	ポリクロロトリフルオロエチレン樹脂 PCTFE	SUS316L
比較例 2	ポリクロロトリフルオロエチレン樹脂 PCTFE	ハステロイ C-22

## 【0028】

100日間の高純度アンモニアガスの流通試験終了後の実施例1～4、比較例1～2における各装置について作動状態を確認する試験を実施した。試験方法としては、圧力調整器2を閉の状態とし、圧力調整器2の前後にある二つの圧力計3および4の指示値の変化から圧力調整器2を閉の状態にした際のガスの密閉性（出流れ現象）の有効性を判定した。具体的には、まず装置系内に残留ガスがないことを確認し、圧力計3および4が大気圧を指示することを確認した。その後、ガスボンベ側から圧力計3に1.0MPaのヘリウムガスの圧力をかけ、そのままの状態にて60分間保持した後、圧力計4に表示された圧力を記録した。これらの結果を表2に示した。

## 【0029】

【表2】

表2

	圧力計3 (MPa)	圧力計4 (MPa)	出流れ現象 の判定	樹脂の状態 (外観)
実施例1	1.0	0.0	無し	変化なし
実施例2	1.0	0.0	無し	変化なし
実施例3	1.0	0.0	無し	変化なし
実施例4	1.0	0.0	無し	変化なし
比較例1	0.4	0.48	有り	茶褐色変色
比較例2	0.9	0.08	僅かに有り	茶褐色変色

## 【0030】

表2に示したように、実施例1～4の樹脂シール材としてフェノール樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂を用いた圧力調整器については、試験完了後においても閉状態でのガスの流れは閉鎖されており、いわゆる「出流れ現象」は認められなかった。これに対し、比較例1および2においては圧力計4の数値が上昇しており、ガスが流通していることが明らか

となった。

#### 【0031】

圧力調整器の当接部材（調整弁体11）にSUS316Lを用いている実施例1、実施例3、実施例4および比較例1を比較すると、ハロゲンを含まない樹脂によってシール部本体を構成した実施例の圧力調整器は、従来のハロゲンを含む樹脂を用いた比較例1の圧力調整器と比較して、優れた耐久性を有していることが示された。

#### 【0032】

比較例1および2の差異は、圧力調整器2の当接部材を構成する金属シール材の違いによるものである。ともにフッ素樹脂をシール部本体の樹脂シール材として用いたものであるが、圧力計4の指示値からガスが下流方向に流通してしまう「出流れ現象」が認められた。しかしながら、シール部本体に当接する当接部材を構成する金属シール材の耐食性を向上させた比較例2の圧力調整器の方が、比較例1よりも圧力計4の指示値が小さく「出流れ現象」が僅かであることがわかった。すなわち、高耐食性ニッケル基合金（ハステロイ材）は、従来のステンレス鋼よりも優れた耐食性を有していることが示された。また、脱ハロゲン化現象による樹脂シール材の変質によるシール性能の劣化があるとともに、脱離したハロゲンによって金属シール材への影響があることが明らかとなった。

#### 【0033】

試験終了後の実施例および比較例で用いた圧力調整器を分解し、取り出した樹脂シール材の重量変化を表3に示した。

#### 【0034】

【表 3】

表 3

	樹脂シート 8	重量変化量 (mg/mm <sup>2</sup> )
実施例 1	フェノール樹脂	+6.1
実施例 2	ポリフェニレンサルファイド樹脂 PPS	0.0
実施例 3	ポリフェニレンサルファイド樹脂 PPS	0.0
実施例 4	ポリエーテルエーテルケトン樹脂 PEEK	0.0
比較例 1	ポリクロロトリフルオロエチレン樹脂 PTCFE	-12
比較例 2	ポリクロロトリフルオロエチレン樹脂 PTCFE	-26

## 【0035】

樹脂の重量変化量は、試験前後の重量増減量を測定し、樹脂シール全表面積にて除した数値である。

表 3 の結果から、実施例 1 のフェノール樹脂は、アンモニアガスの浸透による重量増加が認められるが、アンモニアガスに対する耐食性に優れており、樹脂シール材として用いることが可能であることがわかった。実施例 2、3 および 4 の結果から、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂は、重量変化は認められず、アンモニアガスに対して優れた耐食性を示していた。比較例 1 および 2 の P T C F E 樹脂については一定の重量減少が認められた。比較例 1 の数値が比較例 2 の数値より低い理由は、測定した樹脂には外観上茶褐色の物質が付着しており、脱ハロゲン化によって腐食した金属シール材の腐食生成物が樹脂に付着したためと考えられる。

## 【0036】

実施例 1 および比較例 1 で用いた試験終了後の圧力調整器を構成する金属シール材の表面を、走査型電子顕微鏡にて観察した結果観察した結果を図 3 に示した

図3より、比較例1においては、PTCFEとアンモニアによる脱ハロゲン化反応によって生じたハロゲン含有生成物が、金属シール材に対して反応し、著しい腐食を発生させている。これに対して実施例1の金属シール材は腐食が認められず、金属光沢を維持している。その結果、圧力調整器の出流れ現象が全く認められなくなった。

#### 【0037】

比較例1で用いた試験終了後の圧力調整器における樹脂シール材の構成元素の変化を図4に示した。なお、元素分析測定はエネルギー分散型X線分析装置（EMAX、(株)堀場製作所製）にて行った。

PTCFEの構成元素であるCl元素の検出が、試験前は36.1cps検出されていたが、試験終了後は0.93cpsに減少しており、分析範囲における塩素元素量の残存量は、わずか2.5%であることが明らかとなった。

#### 【0038】

実施例1および比較例1で用いた試験終了後の圧力計4のガス流路において、下流に設けたダイヤフラムバルブ（ラインバルブ5）を構成するダイヤフラム板表面について、反応生成物等の有無を電子顕微鏡にて観察を行い確認した。また、生じた反応生成物をエネルギー分散型X線分析装置にて元素分析を行った。これらの結果を図5に示した。

#### 【0039】

実施例1については、ラインバルブ5のダイヤフラム板表面に異物の形成等は認められず、ダイヤフラム板表面の元素分析では、ステンレス鋼の成分のみが検出される結果であった。比較例1については、電子顕微鏡にて観察した結果、設置されたラインバルブ5のダイヤフラム板表面に反応生成物が滞留または蓄積していることが明らかとなった。この写真の部分元素解析した結果、ダイヤフラム板を構成するステンレス鋼の成分以外に大量の塩素が検出された。

#### 【0040】

したがって、圧力調整器2における脱ハロゲン化反応によって形成した腐食生成物が、ガスの流れに乗って下流になるラインバルブ5に到達していることが明



らかとなった。実施例 1 においてはこのような現象は認められないことから、高純度アンモニアガスの純度が維持されていることが明らかである。

#### 【0041】

##### 【発明の効果】

本発明によれば、樹脂シール材および金属シール材を適正化することで、高純度化したアンモニアガスの純度を劣化させることなく、安全にかつ安定的に供給することが可能となる。すなわち、構造上樹脂シールを有するガス供給機器、例えば、ガスシリンダーバルブ、マスフロー等の流量調節器、圧力計、ガスフィルター、ラインバルブ等における脱ハロゲン化現象を防止するとともに、圧力調節器における出流れ現象の発生を大幅に制御することができる。

#### 【0042】

また、半導体デバイス製造チャンバー、または、アンモニアガスをチャンバーから装置の外部へと排出する際に用いられる機器についても同様に、本発明を用いることで脱ハロゲン化現象を防止することができる。

したがって、本発明によれば、高純度アンモニアガスを供給する際に、脱ハロゲン化反応による供給系内へのハロゲンの溶出を押さえることができ、腐食反応生成物およびハロゲンとの反応生成物が形成されないため、ガスの純度をそのまま維持でき、半導体製造デバイスを高効率にて製造することができる。

##### 【図面の簡単な説明】

#### 【図 1】

本実施例で用いた試験装置を示す概略図である。

#### 【図 2】

本実施例で用いた圧力調整器の内部構造を示す概略図である。

#### 【図 3】

ガス流通試験後の圧力調整器を構成する金属シール材表面の電子顕微鏡写真である。

#### 【図 4】

ガス流通試験前後の圧力調整器を構成する樹脂シール材の構成元素を示すチャート図である。

## 【図 5】

ガス流通試験後のラインバルブ 5 を構成するダイヤフラム板表面の電子顕微鏡写真およびその元素分析結果を示すチャート図である。

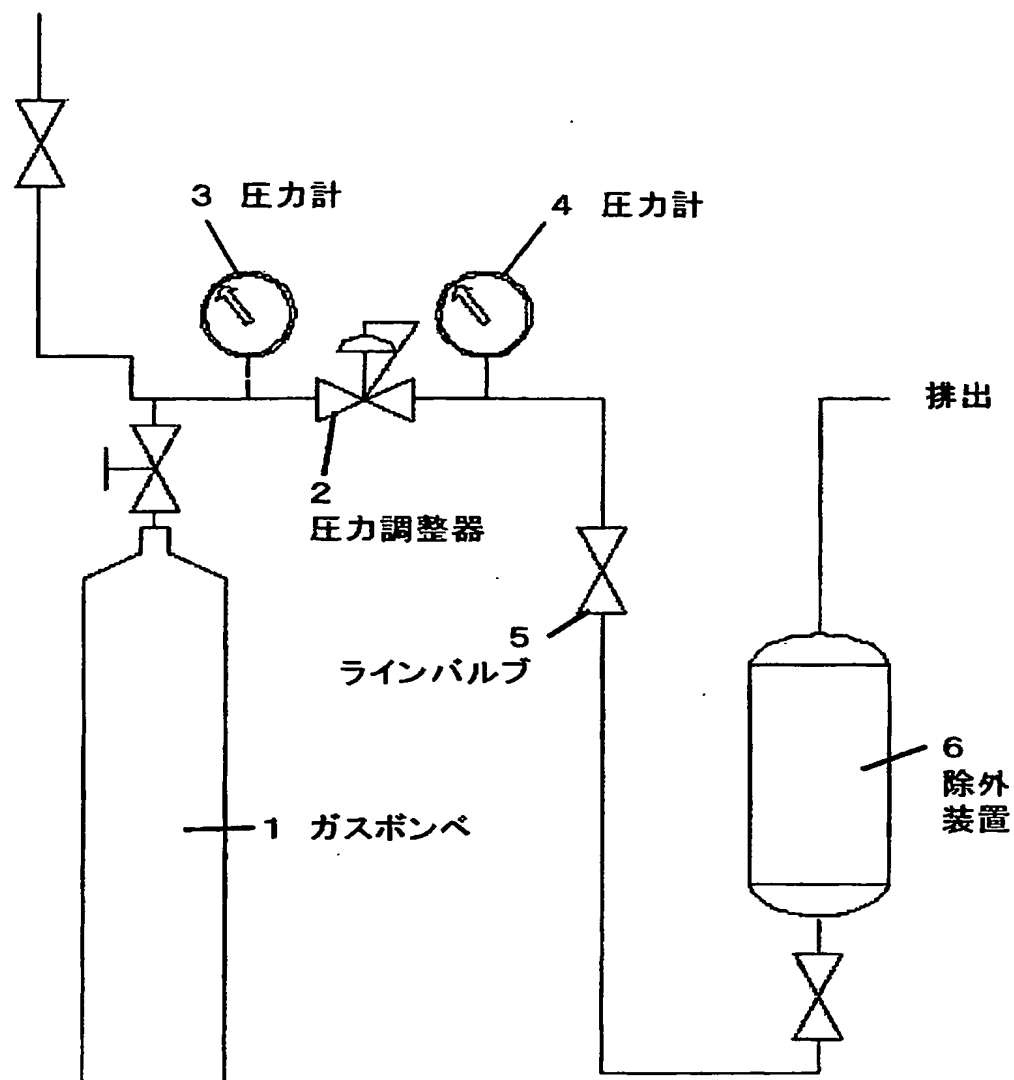
## 【符号の説明】

- 1・・・ガスボンベ
- 2・・・圧力調整器
- 3・・・圧力調整器入口ガス圧力計
- 4・・・圧力調整器出口ガス圧力計
- 5・・・ラインバルブ
- 6・・・ガス除害処理装置
- 7・・・圧力調整軸
- 8・・・樹脂シート
- 9・・・スプリング
- 10・・・ダイヤフラム板
- 11・・・調整弁体

【書類名】 図面

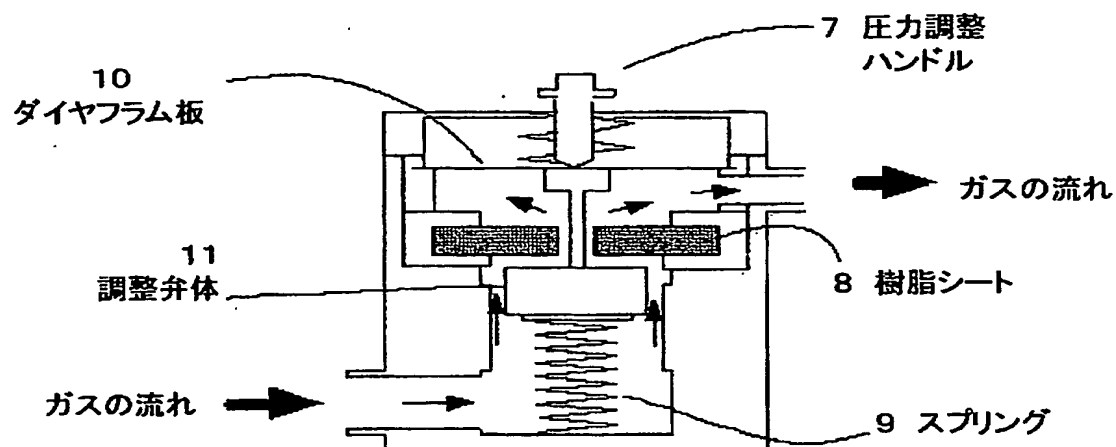
【図 1】

Heガス加圧ライン

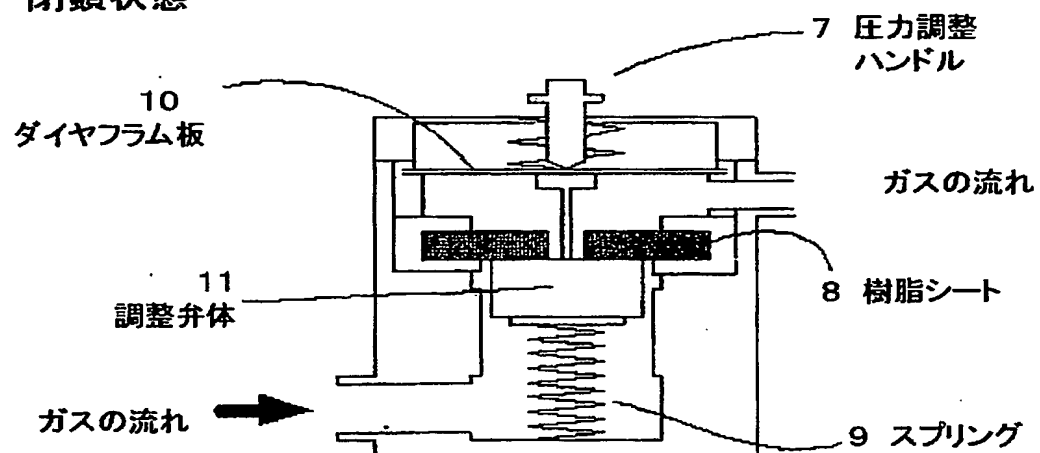


【図2】

ガス流通状態



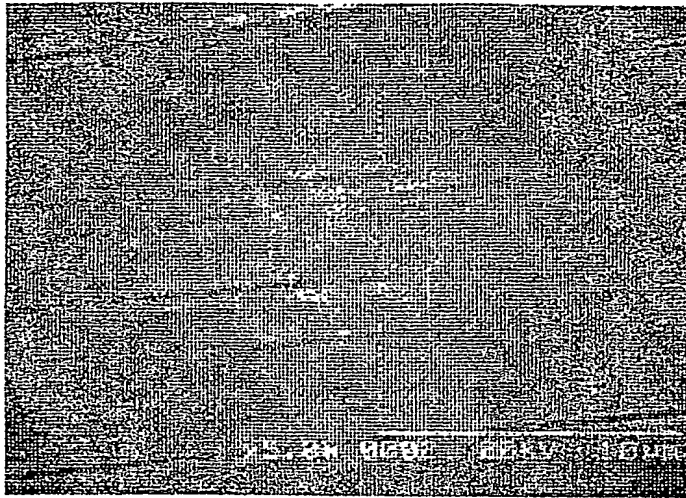
閉鎖状態



調整弁体11と樹脂シート8によって密封化される。

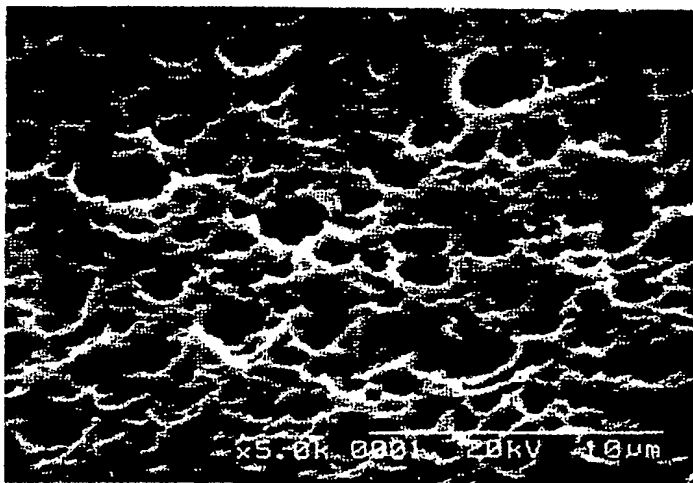
【図3】

実施例1 金属シール材 SUS316L



倍率 x5000倍

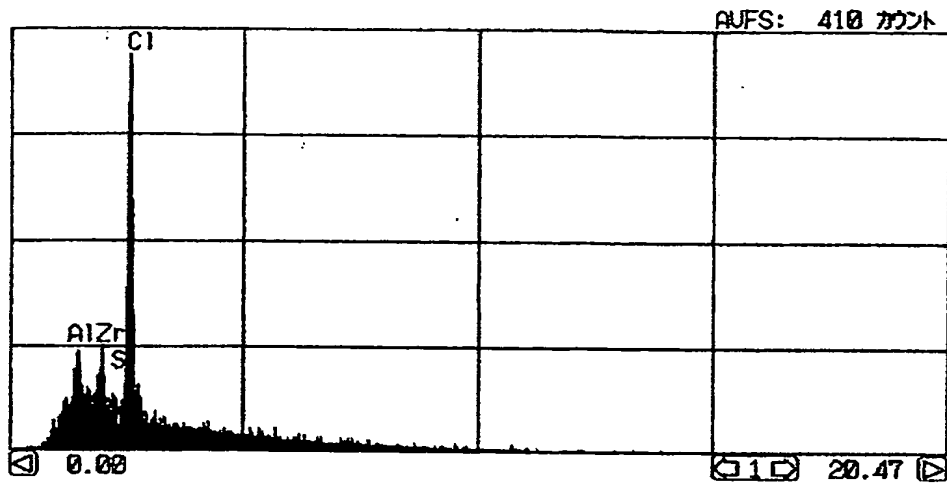
比較例1 金属シール材 SUS316L



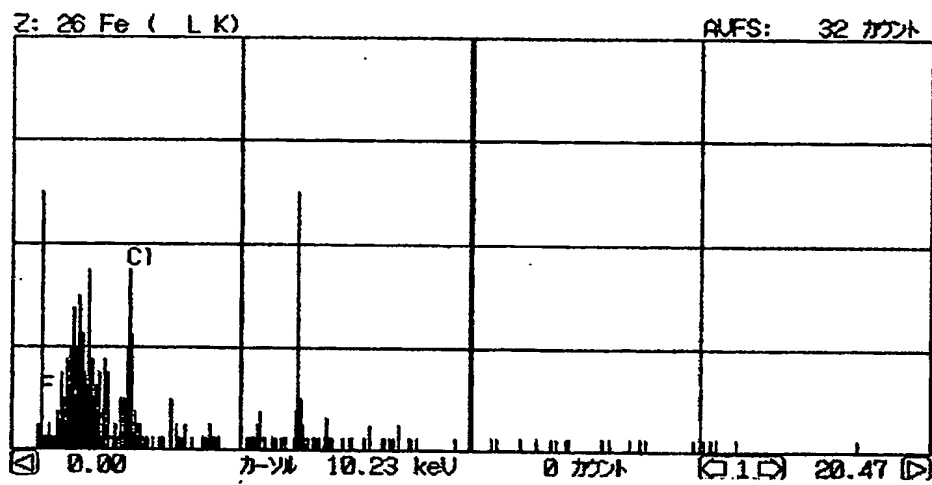
倍率 x5000倍

【図 4】

試験前

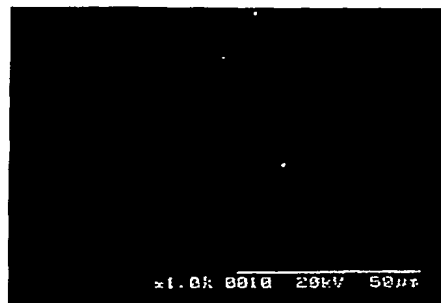


試験後

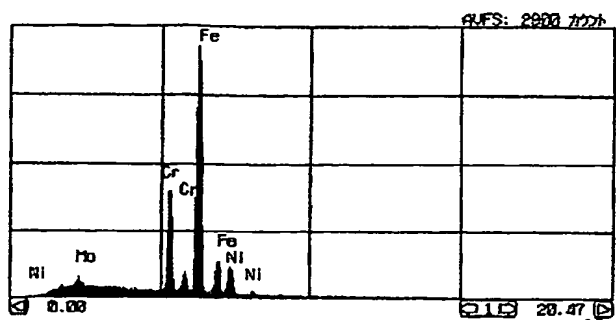


【図 5】

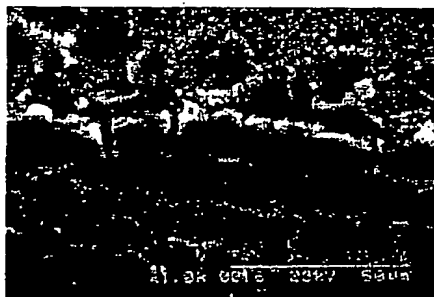
実施例 1



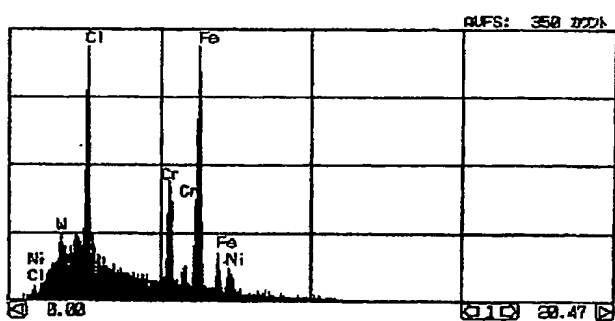
ダイヤモンド板上の電子顕微鏡写真



比較例 1



ダイヤモンド板上の電子顕微鏡写真



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 腐食によるパーティクルが発生せず、ガス供給路系内に腐食生成物、反応生成物を形成しないシリンダーバルブ、圧力調整器、圧力計、マスフローメーター、ラインバルブ、フィルターなどの供給機器を、ガスシリンダーから製造装置までのガス流路に適宜採用することによって、高純度アンモニアガスの純度を劣化させることなく、より安全で効率の良い供給を可能とし、より高性能な半導体デバイスの製造を可能とする高純度アンモニアガス供給システムを提供すること。

【解決手段】 本発明の高純度アンモニアガス供給機器のシール部および／または接ガス部が、ハロゲンを有さない樹脂によって構成されていることを特徴とする高純度アンモニアガス供給機器。また、このような高純度アンモニアガス供給機器を用いて高純度アンモニアガスを供給するガス流路を構成することにより、そのガス純度を劣化させることなく、半導体デバイス製造装置に高純度アンモニアガスを供給することを特徴とする高純度アンモニアガス供給方法。

【選択図】 なし



特願 2 0 0 3 - 1 2 5 5 0 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 . 0 0 0 2 0 0 4 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号

氏 名

昭和電工株式会社

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox**